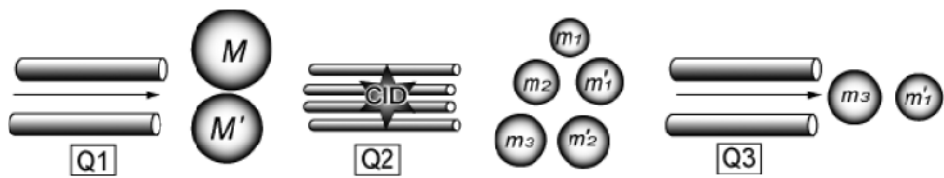


基于GC-MS/MS中性丢失扫描测定的变压器油中PCBs的检测

GC-MS/MS的中性丢失扫描法是在Q1质量检测器与Q3质量检测器之间保持一定的 m/z 差，同时进行扫描，选择性地检测脱离了特定 m/z 的碎片而生成的离子(Fig. 1) 。本应用报告介绍以中性丢失扫描测定变压器油中的PCBs的结果。



Q1质量检测器与Q3质量检测器之间保持一定的 m/z 差

Fig. 1 中性丢失扫描的概念图

实验

使用己烷将变压器油1000倍稀释，配制成变压器油稀释样品，并在稀释样品中添加3种Aroclor 1242, 1252, 1260，分别达到10 $\mu\text{g/mL}$ ，配制成Aroclor添加样品。按照Table 1所示的分析条件，以扫描和中性丢失扫描模式测定了稀释样品与Aroclor添加样品。

Table 1 分析条件

GC-MS/MS :GCMS-TQ8030

色谱柱:Rxi?-5Sil MS (长30m, 0.25mm I.D., $df=0.25$)m)

[GC]

气化室温度:250℃

柱温箱温度:60℃ (1分) → (10℃/分) → 320℃ (3分)

进样模式:无分流

采集时间:1 分

载气控制:线速度 (40.0 cm/秒)

进样量:1 μL

[MS]

接口温度:250℃

离子源温度:200℃

调谐模式:高灵敏度

扫描测定

事件时间:0.3 秒

质量范围: m/z 35 - 500

中性丢失扫描测定

Losses of :35

碰撞能 (CE) :15 V

事件时间:0.3 秒

质量范围: m/z 50 - 500

分析结果

以扫描和中性丢失扫描模式测定变压器油稀释样品与Aroclor添加样品所得到的总离子流图(TIC)如图Fig. 2和3所示。

扫描模式 (Fig. 2) 时, PCBs被变压器油成分的峰覆盖、稀释样品与添加样品得到了几乎相同的TIC模式。为了检测PCBs, 需要使用对同分异构体具有特征性的 m/z 的质色图进行确认。而设置为氯质量数35的中性丢失扫描模式 (Fig. 3), 可以不受变压器油所含成分影响地只检测出PCBs。

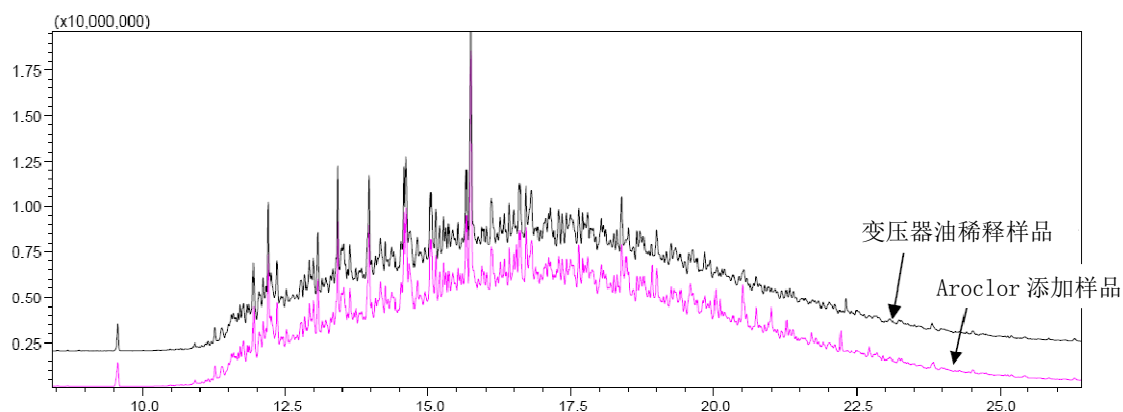


Fig. 2 扫描的总离子流图

黑色: 使用己烷将变压器油稀释为1/1000的变压器油稀释样品, 粉色: 变压器油中添加3种Aroclor 1242, 1252, 1260, 分别至10 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的样品

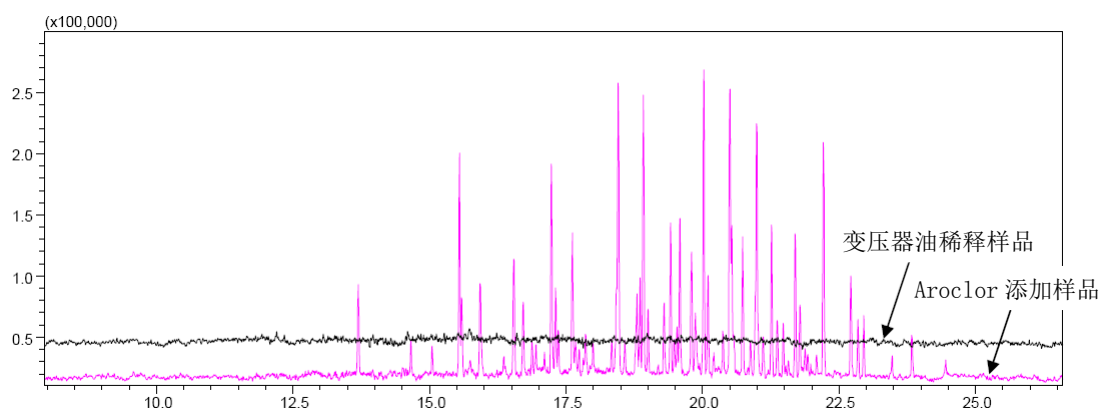


Fig. 3 中性丢失扫描的总离子流图

黑色: 使用己烷将变压器油稀释为1/1000的变压器油稀释样品, 粉色: 变压器油中添加3种Aroclor 1242, 1252, 1260, 分别至10 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的样品

总结

使用NCI-GC-MS法可以选择性地检测卤素系化合物, 但需要更换离子源。中性丢失扫描可以不更换离子源的情况下, 选择性地检测具有氯、溴、氟等相同元素的化合物或具有同一部分结构的化合物。就像变压器油中PCB的测定那样, 这种方法可有效地从大量基质中只选择性地筛选具有某元素的化合物。